

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 05329301  
 PUBLICATION DATE : 14-12-93

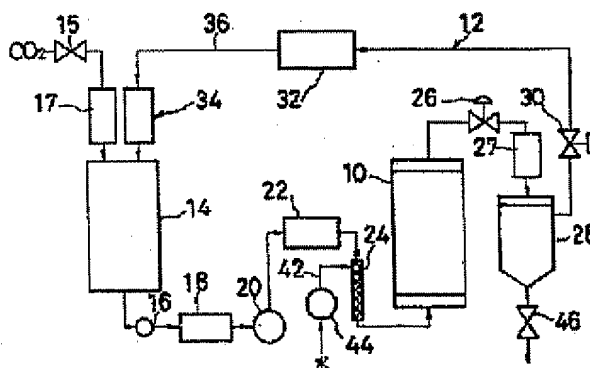
APPLICATION DATE : 28-05-92  
 APPLICATION NUMBER : 04160064

APPLICANT : JAPAN TOBACCO INC;

INVENTOR : NOZOE HEIJI;

INT.CL. : B01D 11/00 B01D 11/02 B01F 3/12 //  
 A24B 15/24

TITLE : METHOD FOR EXTRACTING SOLUBLE  
 MATERIAL FROM NATURAL SOLID  
 RAW MATERIAL THEREFOR AND  
 DEVICE THEREFOR



ABSTRACT : PURPOSE: To obtain a method and device for extracting soluble material by which a desired amount of soluble material can be extracted from raw material efficiently without the need for performing humidification or drying of natural solid raw material.

CONSTITUTION: Water is supplied to an inert extraction agent which is in a supercritical state and the supplied water and the inert extraction agent are mixed by means of a static mixer 24 to add the water to the agent, while the amount of the water which is supplied to the agent is adjusted to control the water content of the agent. The objective device for extracting soluble material includes a pump 44 for feeding water to the inert extraction agent and the static mixer 24 for mixing the water being fed and the agent so that the amount of the water is adjusted by the pump 44 to control the water content of the agent.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-329301

(43) 公開日 平成5年(1993)12月14日

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 11/00		6525-4D		
	11/02	Z 6525-4D		
B 0 1 F 3/12				
// A 2 4 B 15/24		6807-4B		

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平4-160064

(22) 出願日 平成4年(1992)5月28日

(71) 出願人 000004569

日本たばこ産業株式会社  
東京都品川区東品川4丁目12番62号

(72) 発明者 米井 祥男

神奈川県横浜市緑区梅が丘6番地2 日本  
たばこ産業株式会社たばこ中央研究所内

(72) 発明者 小俣 行雄

神奈川県横浜市緑区梅が丘6番地2 日本  
たばこ産業株式会社たばこ中央研究所内

(72) 発明者 重松 仁

東京都品川区東品川4丁目12番62号 日本  
たばこ産業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 鈴木 武彦

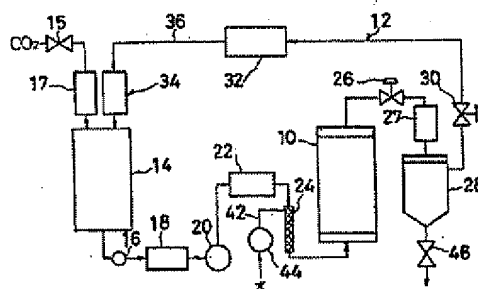
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 天然固体原料の可溶物抽出方法および可溶物抽出装置

(57) 【要約】

【目的】 本発明の目的は、天然固体原料の加温あるいは乾燥等の処理を行なう必要がないとともに、原料から所望量の可溶物を効率良く抽出することのできる可溶物抽出方法および可溶物抽出装置を提供することにある。

【構成】 この発明に係る可溶物抽出方法によれば、超臨界状態の不活性抽出剤に水を供給し、供給された水と不活性抽出剤とをスタティックミキサ24により混合して不活性抽出剤に水を添加するとともに、不活性抽出剤への給水量を調整して不活性抽出剤の含水率を調整している。この発明に係る可溶物抽出装置は、不活性抽出剤に給水するポンプ14と、供給された水と不活性抽出剤とを混合するスタティックミキサ24とを備え、ポンプによって給水量を調整することにより不活性抽出剤の含水率を調整している。



／cm<sup>2</sup>であることが好ましい。

【0021】続いて、水を含有した超臨界状態のCO<sub>2</sub>は抽出容器10に流入し抽出容器内のたばこ刻み内を流通する。その際、たばこ刻み内のニコチンはCO<sub>2</sub>に溶解し、たばこ刻みから抽出される。ニコチンを含有したCO<sub>2</sub>は、抽出容器10から第1の圧力調整弁26を通り、ここで減圧される。減圧されることによりCO<sub>2</sub>の溶解力が低下し、CO<sub>2</sub>からニコチンが析出される。そして、CO<sub>2</sub>は第4の熱交換器27を介して分離器28に流入し、これらの熱交換器および分離器内で加熱され10  
て気化し水およびニコチンと分離される。析出した抽出物質としてのニコチンおよび水は分離器28内に貯留され、抽出処理の終了後あるいは抽出処理中、弁46を介して抽出装置の外方へ排出される。

【0022】ニコチンが分離されたCO<sub>2</sub>は、第2の圧力調整弁30により更に減圧された後にガス精製器32に流入し、ここでCO<sub>2</sub>内に残留する水分および揮発性成分等が除去されて精製される。精製器32内には、モレキュラーシーブ、活性アルミナ、シリカゲル、硫酸マグネシウム等の充填剤が充填されている。精製済みのCO<sub>2</sub>は第5の熱交換器34で冷却されて液化した後、貯蔵タンク14へ戻される。

【0023】以上の工程を所定時間繰返すことにより、抽出容器10内のたばこ刻みからニコチンが抽出され、所望のニコチン含有率を有するたばこ刻みが生成される。

【0024】本願の発明者は、CO<sub>2</sub>への水の添加方法とニコチン除去率および処理後の原料の品質特性との関係を調べるために、3種類の添加方法を用い、他は同一条件としてニコチン抽出処理試験を行なった。

【0025】試験1では、上述した本実施例に係るニコチン抽出装置および抽出方法を用い、原料として製品用に裁刻したたばこ刻み（ブレンド品、ニコチン含有率2.2乾燥重量%）300gを内容積4リットルの抽出\*  
30

\*容器に収容した。抽出容器に収納したたばこ刻みの水分値は12.3重量%であり、取扱いに適した水分域にある。この抽出容器を通してCO<sub>2</sub>を抽出温度70℃、抽出圧力300kg/cm<sup>2</sup>、流速320g/minで2.5時間流してニコチンの抽出を行なった。その際、スタティックミキサの上流側端部に2.86g/kg-CO<sub>2</sub>の割合で水を供給してCO<sub>2</sub>に混合溶解し、抽出容器へ供給した。

【0026】試験2では、原料のたばこ刻み（水分値12.3重量%）にスプレー法により予め22.7重量%まで加湿し、ポリプロピレン袋にいれて一夜放置したものを抽出容器に収容し、この抽出容器を通して無加水のCO<sub>2</sub>を流した。

【0027】試験3では、たばこ刻みを収容した抽出容器の上流側に設置した水槽（内径10cm、高さ50cm）に高さ10cmに水を溜め、水槽下部より温度70℃、圧力300kg/cm<sup>2</sup>の所定量のCO<sub>2</sub>を流して水を溶解させた後、抽出容器に供給した。

【0028】以下に示す表1は、各試験におけるニコチン除去率と処理後のたばこ刻みの水分値を示している。表1から分かるように、原料を予め加湿する試験2の場合、他の2つの方法に比較してニコチン除去率がかなり低くなる。また、処理後のたばこ刻みの水分値も3.8重量%と非常に低くなり、抽出容器から取り出す際にたばこ刻みの破砕が多数生じた。水槽を通してCO<sub>2</sub>に添加する試験3の場合、ニコチン除去率は99%と最も優れているが、処理後のたばこ刻みは水分値が23.3重量%と非常に高く、取扱い上および品質上問題がある。

【0029】これに対して、スタティックミキサを用いてCO<sub>2</sub>に水を添加する試験1の場合、ニコチン除去率は試験3の場合とほとんど変わらず、処理後のたばこ刻みの水分値も14.7重量%となり取扱い上および品質上も許容できる値が得られた。

【0030】

表1

試験 NO.	原料刻みの 水分値(%)	CO <sub>2</sub> への 添加法	処理後刻み 水分値(%)	ニコチン 除去率(%)	摘要
1.	12.3	スプレッド	14.7	97	
2.	12.3	水槽	23.3	99	
3.	22.7	なし	3.8	75	原料加湿

更に、発明者は、CO<sub>2</sub>への加水量と処理後のたばこ原料の水分値及びニコチン除去率との関係を調べるため、上記実施例と同一の抽出装置および抽出方法を用い、原料としてたばこ刻み（ニコチン含有率2.1乾燥重量%、水分値12.0重量%）300gを抽出容器に収容した。そして、抽出容器を通してCO<sub>2</sub>を抽出温度70℃、抽出圧力300kg/cm<sup>2</sup>、流速320g/minで2.5時間流してニコチンの抽出を行なった。その

際、CO<sub>2</sub>への加水量を種々変更して抽出を行なった。表2は、各加水量における抽出試験の結果を示している。なお、温度70℃、圧力300kg/cm<sup>2</sup>でのCO<sub>2</sub>の水の飽和溶解度は4.76g/kg-CO<sub>2</sub>であるので、飽和溶解度に対する加水量の割合を加水量割合（CO<sub>2</sub>の含水率）として表2に示した。

【0031】

表2

CO <sub>2</sub> への加水	処理後の刻み	ニコチン	摘要
----------------------	--------	------	----

7	加水量 (g/kg-CO <sub>2</sub> )	*加水割合 (%)	水分値 (重量%)	除去率 (%)	
	1.90	40	8.6	82	*CO <sub>2</sub> への水の飽和
	2.38	50	11.0	91	溶解度に対する加水
	2.86	60	14.4	97	量の割合
	3.33	70	18.1	98	
	3.81	80	23.2	99	

上記表2から分かるように、加水量および加水割合が増加するに従って、ニコチン除去率は増加するが、処理後の刻みの水分値も上昇する。一般に、たばこ刻みの水分値は、刻みの取扱性および品質の面で、12%前後が問題のない領域である。表2から、加水割合が50~60%に設定されている場合、処理後の水分値が上記領域にある処理品を得られることが判明した。また、加水割合が50%以上の場合、ニコチン除去率も90%以上となった。

【0032】また、加水割合を60%に固定して、抽出温度と処理後のたばこ刻みの水分値およびニコチン除去率との関係調べたところ、図3に示すような結果が得られた。この場合、他の試験条件は、上述した試験1と同一とした。図3から分かるように、いずれの抽出温度においてもたばこ刻みの水分値は12%前後であり、抽出温度70℃以上では、ニコチン除去率も95%以上の値が得られた。

\*【0033】更に、処理前のたばこ刻みの水分値に起因する、抽出容器内でのCO<sub>2</sub>の偏流の発生状況を調べるため、図4に示すように、水分値の異なるたばこ刻み(ニコチン含有率2.1乾燥重量%)15kgを円筒状の抽出容器(内径35cm、高さ170cm)に収容し、抽出容器を通してCO<sub>2</sub>を抽出温度70℃、抽出圧力250kg/cm<sup>2</sup>、流速250g/minで6.5時間流してニコチンの抽出を行なった。たばこ刻みは、できるだけ均一に収容されるように手で抽出容器内に充填し、5kg毎に金網48を入れて容器内をCO<sub>2</sub>の流入側から3つのブロック50a、50b、50cに分けて抽出を行なった。そして、各ブロック内の5つの領域A、B、C、D、Eから処理後のたばこ刻みを採取してニコチン含有率を調べた。試験結果は以下の表3に示されている。

【0034】

\*

表3

試験1	原料水分値 NO. (重量%)	処理刻みのニコチン含有率							
		A	B	C	D	E	平均値	変動係数(%)	
1.	19.8	0.16	0.25	0.45	0.40	0.51	0.35	36.6	
2.	12.5	0.22	0.25	0.20	0.20	0.25	0.22	10.0	

表3から分かるように、水分値の高い(19.8重量%)たばこ刻みに対して上記抽出処理を行なった試験1の場合、水分値の低い(12.5重量%)たばこ刻みに対して上記抽出処理を行なった試験2の場合に比較して、領域AないしEから採取した処理後のたばこ刻みのニコチン含有率はばらつきが大きく、これらニコチン含有率の平均値も高い。このことから、原料のたばこ刻みの水分値が高い場合、抽出容器内でCO<sub>2</sub>の偏流が生じ易いことが推察される。従って、処理前のたばこ原料に加湿することは、ニコチンを均一に除去する上で好ましくないことが確認された。

【0035】以上のように構成されたニコチン抽出装置および抽出方法によれば、スタティックミキサ24への給水量を調整することにより、たばこ刻みに送られるCO<sub>2</sub>の含水率を飽和状態以下の所望の値に調整することができるとともに、必要であれば過飽和状態とすることもできる。そのため、処理後のたばこ原料の含水率(水分値)が所望の値となるようにCO<sub>2</sub>の含水率を調整することにより、処理品が過度に加湿されることを防止でき、処理後の乾燥工程を省略することができる。従って、運転コストおよび設備コストの低減を図ることができ

る。また、処理後のたばこ原料を最適な含水率に設定できることから、処理品の取扱性および品質が大幅に向上する。

【0036】また、処理前にたばこ原料を加湿することなくニコチンを効率良く抽出することができ、前処理工程の省略が可能であるとともに、抽出容器内におけるCO<sub>2</sub>の偏流を防止できたばこ原料全体に渡って均一にニコチン抽出を行なうことができる。更に、処理前のたばこ原料のニコチン含有率はその種類によって異なる場合でも、CO<sub>2</sub>の含水率を調整することにより、所望のニコチン除去率を得ることができる。

【0037】また、ポンプから供給された水を、スタティックミキサにより不活性抽出剤と混合して不活性抽出剤に添加していることから、二酸化炭素に限らず、水の溶解しにくい他の不活性抽出剤にも容易に水を添加させることができる。従って、種々の不活性抽出剤を使用することが可能となり、種々の天然固体原料から所望の可溶物を抽出することができる。

【0038】なお、この発明は上述した実施例に限定されることなく、この発明の範囲内で種々変更可能である。

【0039】例えば、上記実施例では、可変容量型のポンプを用いてCO<sub>2</sub>への給水量を調節するようにしたが、これに限らず、図5に示すように、定容量型のポンプ44を使用し、このポンプとスタティックミキサとの間に設けた流量調整手段としての流量制御弁52により供給量を調節するようにしてもよい。また、この発明は、たばこ原料からニコチンを抽出する場合に限らず、他の天然固体原料、例えば、紅茶、緑茶、コーヒー等からカフェイン等の他の可溶物を抽出する場合にも適用できることは言うまでもない。更に、不活性抽出剤として、臨界温度の低いフロン、亜酸化窒素、低級ハロゲン炭化水素等、他の抽出剤を使用してもよい。

【0040】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、不活性抽出剤の含水率を所望の値に調節して天然固体原料に供給していることから、原料の加湿あるいは乾燥等の処理を行なう必要がないとともに、所望量のニコチンを効率

良く抽出することのできる可溶物抽出方法および可溶物抽出装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の一実施例に係るニコチン抽出装置を概略的に示す図。

【図2】上記ニコチン抽出装置のスタティックミキサを拡大して示す断面図。

【図3】抽出温度とニコチン除去率および処理後のたばこ刻みの水分値との関係を示す特性図。

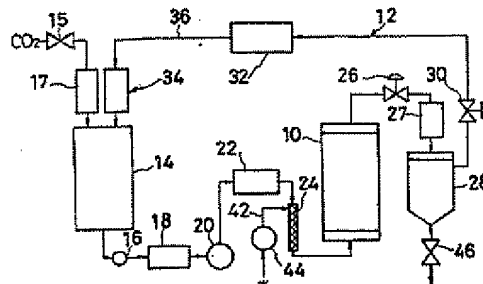
【図4】偏流発生試験に使用する抽出容器を示す概略図。

【図5】給水部の変形例を示す図2に対応の断面図。

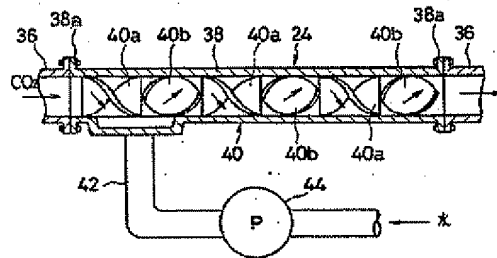
【符号の説明】

10…抽出容器、12…閉塞回路、14…貯蔵タンク、17、18、22、27、34…熱交換器、24…スタティックミキサ、44…第2のポンプ。

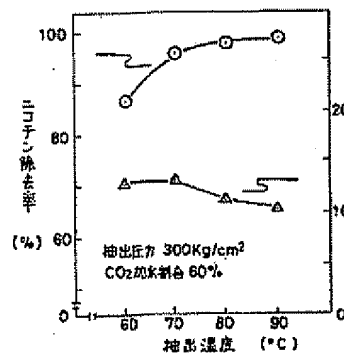
【図1】



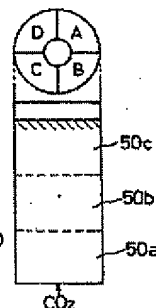
【図2】



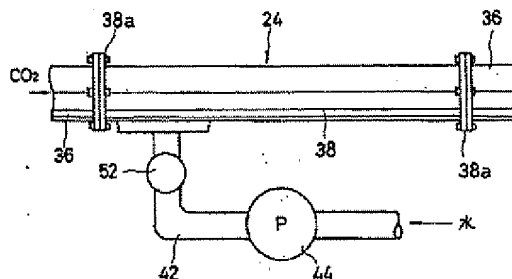
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 岡林 信夫  
神奈川県平塚市黒部丘1番地77 日本たば  
こ産業株式会社平塚工場内

(72)発明者 大内 誠  
神奈川県平塚市黒部丘1番地77 日本たば  
こ産業株式会社平塚工場内

(72)発明者 野添 平治  
神奈川県平塚市黒部丘1番地77 日本たば  
こ産業株式会社平塚工場内